

Proyecto Fin de Carrera



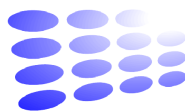
Escuela de
Ingeniería y Arquitectura
Universidad Zaragoza

ESTUDIO DE UNA MINIPLANTA DE RECTIFICACIÓN CON RELLENO ESTRUCTURADO

Realizado por:
NURIA SABUGO GARCÍA

Director: CHRISTIAN BRADTMÖLLER
Ponente: JOAQUÍN CORONAS
Titulación: *INGENIERÍA QUÍMICA*
Especialidad: *INGENIERÍA DE PROCESOS*

Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik (ICTV)



Institut für
Chemische und Thermische
Verfahrenstechnik **ICTV**

Centro Politécnico Superior. Universidad de Zaragoza



Zaragoza, Septiembre 2011

ESTUDIO DE UNA MINIPLANTA DE RECTIFICACIÓN CON RELLENO ESTRUCTURADO.

RESUMEN

La destilación es la técnica industrial de separación más ampliamente utilizada en la industria de procesos. Debido a las crecientes necesidades de productos químicos y al extenso crecimiento de los procesos industriales, parece ser que su importancia se verá incrementada en un futuro próximo. Una consecuencia importante de este crecimiento es que los equipos contruidos, para ser competitivos, son cada vez más grandes, lo que implica una serie de conocimientos previos obtenidos a partir de datos experimentales obtenidos con equipos más pequeños en los que se ha aplicado un sistema estandarizado y que con frecuencia difieren de la aplicación real.

En este contexto nace pues el presente proyecto en el que se estudia una miniplanta de rectificación con relleno estructurado del tipo Mellapak 500Y. La mezcla de trabajo fue de clorobenceno y etilbenceno y se estableció un reflujo total, tal y como marca el sistema estandarizado. La rectificación con este tipo de relleno se escogió debido a las numerosas ventajas que presentan respecto a las columnas de platos, como son una baja pérdida de presión, un mayor rendimiento y una gran sensibilidad en el control.

La calibración de los distintos sensores de presión y temperatura tomó un protagonismo importante en el transcurso del proyecto y se reforzó la idea de que parte del éxito de los resultados experimentales así como de su posterior análisis reside pues en una calibración correcta.

Tras calibración se puso en marcha la instalación y se hicieron pruebas a distintas presiones y temperaturas extrayendo muestras de la instalación en distintos puntos de la misma y se obtuvieron distintas medidas de la eficacia de la separación y de la fluidodinámica para el sistema de trabajo. También se procedió al estudio de la exactitud/precisión de los valores medidos y de las dimensiones calculadas (por ejemplo, el valor NSTM o “number of theoretical stages per meter”). Y por último se estableció una comparación de los resultados experimentales con los de los modelos existentes. Dicha comparación estableció que los datos experimentales se ajustaban a los bibliográficos aunque había ciertas desviaciones.

También se estudió el efecto del tamaño del intercambiador de calor y se trabajó con dos de ellos, uno más grande, con el cual se pudo llegar al punto de inundación de la columna y estudiar este efecto, en el que la alta pérdida de presión de la columna demostró ser la una de las variables más características del fenómeno.

Por último se seleccionó un modelo y se desarrolló con los datos experimentales que se tenían. Este modelo fue el desarrollado por Lorenzo del Carlo, Žarko Olujić y Alessandro Paglianti (modelo DOP). Se compararon los resultados del modelo y los experimentales y se llegó a la conclusión de que el modelo funcionaba bien a presiones atmosféricas, y describía bien el punto de inundación de la columna. Además se estudiaron distintos parámetros del modelo y su influencia en la eficacia de separación y la fluidodinámica, en los que se destacaron el área específica mojada efectiva o la altura del elemento del relleno.

¿Este es mi proyecto final de carrera? No me lo puedo creer.....Parecía inalcanzable, pero sí, por fin espero dejar de ser una estudiante para ser una parada, perdón quería decir titulada. La culminación de este proyecto supone el broche final a una etapa de mi vida muy importante. A lo largo de estos años he vivido alegrías y penas y me gustaría agradecer a las personas que han estado a mi alrededor todo lo que han hecho por mí.

En primer lugar esto va dedicado para ti, mamá. A lo largo de mi vida me has enseñado de una forma “indirecta” que hay que ser fuerte, que hay que saber levantarse después de caer, que no hay por qué dramatizar, y muchas más cosas que no caben aquí. También porque eres la persona que más sufre mi mal humor y a veces puedo llegar a ser desquiciante. Y por último porque tras este año maldito, lleno de ausencias muy significativas, te lo mereces más que nadie. Muchas gracias.

Y si hablo de mi madre, también de mis hermanas. Marifé y Silvia, gracias por todo el apoyo que me habéis ofrecido, sobre todo en esos momentos de bajón, en los que siempre estabais ahí intentando alegrarme y “positivizarme” y ayudándome en todo lo que podíais, no cambiéis nunca.

A esas IQ´s, esto no hubiera sido lo mismo sin vosotras, el destino fue caprichoso y nos unió, ahora no podemos dejar que nos separe, lo siento chicas me tendréis que sufrir de por vida, y no os olvidéis de la pluma.....Y a esos de Cubel también por estar ahí siempre, ya que no me imagino mi vida sin ellos.

Christian, der Betreuer von meiner Diplomarbeit, vielen Danke für Alles. Danke für deine Geduld mit mir und mit meien: Was? Noch einmal und so weiter. Die Zeit war in der ICTV sehr gut und deine Hilfe war sehr wichtig für mich.

Y por último, papa, me hubiera gustado mucho tenerte hoy aquí, aún así gracias de todas formas.

MEMORIA 1/2

ÍNDICE DE LA MEMORIA

| | |
|--|----|
| 1. INTRODUCCIÓN | 1 |
| 2. DESCRIPCIÓN DE LA PLANTA | 6 |
| 3. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES | 9 |
| • 3.1 DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO | 9 |
| • 3.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES | 11 |
| • 3.3. INUNDACIÓN DE LA COLUMNA | 14 |
| • 3.4. DIFERENCIAS ENTRE LOS EVAPORADORES | 16 |
| 4. MODELO DOP | 17 |
| 5. COMPARACIÓN DEL MODELO DOP Y LOS DATOS EXPERIMENTALES | 19 |
| • 5.1. COMPARACIÓN DEL MODELO CON LOS DATOS EXPERIMENTALES | 19 |
| • 5.2 INFLUENCIA DE LOS DISTINTOS PARÁMETROS DEL MODELO DOP EN EL HETP CALCULADOS CON DATOS EXPERIMENTALES | 21 |
| • 5.2.1. INFLUENCIA a_g Y H_{el} | 21 |
| • 5.2.2. EFECTO DE LA VISCOSIDAD | 22 |
| 6. CONCLUSIONES | 25 |
| 7. BIBLIOGRAFÍA | 26 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 2.1: Diagrama de la planta | 6 |
| Figura 3.2.1: Resultados experimentales del evaporador pequeño | 11 |
| Figura 3.2.2: Resultados experimentales del evaporador grande | 11 |
| Figura 3.2.2: Resultados experimentales del evaporador pequeño, pérdida de presión en la parte superior de la columna | 12 |
| Figura 3.2.3: Resultados experimentales del evaporador pequeño, pérdida de presión en la parte inferior de la columna | 12 |
| Figura 3.2.4: Resultados experimentales del evaporador grande, pérdida de presión en la parte superior de la columna | 13 |
| Figura 3.2.5: Resultados experimentales del evaporador grande, pérdida de presión en la parte inferior de la columna | 13 |
| Figura 3.3.1: Inundación de parte de la columna (imagen de la izquierda) y normal funcionamiento de la misma (imagen de la derecha) | 14 |
| Figura 3.3.2: Variación de la presión en la columna a lo largo de la experimentación para 200 mbar y 126°C | 15 |
| Figura 3.3.3: Variación de la presión en la columna a lo largo de la experimentación para 100 mbar y 104.8°C | 16 |
| Figura 3.4.1: Comparación de los evaporadores | 16 |
| Figura 5.1.1: Comparación resultados experimentales del evaporador pequeño con el modelo | 19 |
| Figura 5.1.2: Comparación resultados experimentales del evaporador grande con el modelo a 200 mbar | 20 |
| Figura 5.1.3: Comparación resultados experimentales del evaporador grande con el modelo a 100 mbar | 20 |
| Figura 5.1.4: Comparación resultados experimentales del evaporador grande con el modelo a 950 mbar | 21 |
| Figura 5.2.1: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico | 22 |
| Figura 5.2.2: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico, cambio de los dos parámetros juntos y por separado y comparación de todos los casos | 22 |
| Figura 5.2.2.1: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico, efecto del aumento de las viscosidades | 23 |
| Figura 5.2.2.2: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico, efecto del aumento de los coeficientes de difusión | 24 |

1. INTRODUCCIÓN

No hay duda de que la destilación era y sigue siendo la técnica industrial de separación más ampliamente utilizada en la industria de procesos. Debido a las crecientes necesidades de productos químicos y al extenso crecimiento de los procesos industriales en el mundo entero, parece ser que su importancia se verá incrementada en un futuro próximo. Una consecuencia importante de este crecimiento es que los equipos construidos, para ser competitivos, son cada vez más grandes, lo que implica nuevos desafíos respecto al diseño y a la escala.

Debido a las grandes cantidades de energía y dinero involucradas, se requiere un diseño tan firme como sea posible, y esto supone retos de cambio de escala y una serie de conocimientos previos, los cuales se basan principalmente en la eficiencia y datos hidráulicos obtenidos a partir de experimentos realizados con un equipo más pequeño en el que se ha aplicado un sistema estandarizado, y con frecuencia con condiciones que difieren de la aplicación real.

Las columnas de relleno son una pieza importante y común en los equipos de transferencia de calor y de masa, usualmente utilizados en la industria química de procesos, especialmente en el campo de la destilación. Estas columnas han visto incrementado su uso, dado las numerosas ventajas que presentan respecto a las columnas de platos, como son una baja pérdida de presión, un mayor rendimiento y una gran sensibilidad en el control. Especialmente el relleno estructurado ha sido ampliamente utilizado e investigado a lo largo de las pasadas tres décadas en la industria de procesos, debido a que es capaz de aportar un comportamiento hidráulico más avanzado, una más alta capacidad y eficiencia, un menor efecto de Scalling-Up y una considerable menor pérdida de presión [1], la cual es necesaria para los casos en los que se trabaja a baja presión como en la destilación con vacío que se realiza en las operaciones en la refinería de crudo.

Desde la aparición del relleno estructurado, han sido numerosas las investigaciones y los usos industriales a los que ha sido sometido debido a su atractivo comercial, resultado de una combinación de una alta eficiencia en la transferencia de masa y una baja pérdida de presión. Actualmente los intentos experimentales y teóricos para encontrar un método general de predicción de la transferencia de masa en el relleno estructurado han sido encontrados con una desviación aceptable. Los principales resultados publicados incluyen el trabajo de: Bravo y sus colaboradores, Nawrocki, Henriques de Brito, Weiland, Billet y Schultes, Hanley, Brunazzi y Paglianti, Xu, etc. Estos modelos han sido testados en numerosas plantas pilotos [1].

La primera investigación sobre el relleno estructurado fue realizada por Bravo y sus colaboradores allá por el año 1985 y el modelo resultante fue llamado SRP(I). En este modelo, el coeficiente de transferencia de masa para el gas se calcula a partir de las hipótesis de la teoría de pared mojada, mientras que el del líquido se basa en la teoría de la penetración. Nawrocki adoptó relaciones similares a las de Bravo y además tuvo en cuenta la distribución del líquido, lo que otorgaba una confianza mayor en los coeficientes calculados de transferencia de masa del líquido.

En los años noventa Bravo y Rocha mejoraron el SRP(I) y como resultado presentaron el modelo SRP(II) [2], [3], que difiere del anterior en las dimensiones características del relleno, la velocidad efectiva del gas y del líquido y el tiempo de contacto. Lo más característico de este modelo es que tanto la transferencia de masa como la hidrodinámica, se relaciona con la retención de líquido o inundación de la columna (holdup liquid). Billet y Schultes [4] , [5] y Handley también estudiaron esta relación.

Brunazzi y Paglianti identificaron una nueva relación, incorporando así la influencia de la altura del lecho en el coeficiente de transferencia de masa en el líquido. Xu usó el modelo de Billet y Schultes y definió una nueva correlación para el área interfacial efectiva para predecir la transferencia de masa en el relleno estructurado. Hanley propuso un modelo unificado para el flujo en contracorriente vapor/líquido en las columnas de relleno estructurado basado en una teoría de fenómeno crítico, específicamente la teoría de la percolación en un conductor/aislante.

Otro modelo muy usado es el modelo de Delft, que fue el primero desarrollado por Olujic, el cual fue revisado y perfeccionado. Este modelo, realizado para relleno corrugado, considera al flujo del gas como un flujo en forma de zigzag a través de un relleno que tiene canales diseñados en forma de triángulo, teniendo especialmente en cuenta la macro-geometría del relleno. Cabe destacar de este modelo que quedan bien diferenciados los coeficientes de transferencia de masa para los distintos tipos de flujo como son el laminar, el turbulento, y el transitorio.

Fair evaluó el SRP(II) y el modelo de Delft con reflujo total y sugirió algunas mejoras. Posteriormente el mismo Olujic hizo modificaciones sobre su propio modelo basadas principalmente en el ángulo de flujo de líquido efectivo, lo que dio más firmeza a su modelo. Otros científicos que han estudiado el relleno estructurado son Shetty, Cerro, Whaley, Pollock y Elderidge, entre otros, y han aportado una serie de ecuaciones que intentan solventar de forma aceptable el caso del relleno estructurado.

Respecto a los usos industriales de la rectificación con relleno estructurado son muchas la empresas que han apostado por este tipo de tecnología, en concreto dos pesos pesados de la industria química, e incluso del mundo, BASF y Bayer. Ésta última tiene en la ciudad de Leverkusen (Alemania) dos plantas a escala semi-industrial, dedicadas exclusivamente al estudio de la rectificación de relleno estructurado.

En estas plantas , y en general en una planta piloto de rectificación, los objetivos son determinar en el relleno:

- (i) La eficiencia de la transferencia masa;
- (ii) La máxima capacidad;
- (iii) La pérdida de presión como una función de la carga del vapor.

Se han establecido una serie consideraciones de diseño y operación a la hora de la de la construcción y puesta en marcha de un planta piloto o miniplanta de rectificación con relleno estructurado, tras un análisis concienzudo del tema [6].

En el estudio del diámetro de la columna, se observó que la pérdida de la presión y la capacidad están fuertemente relacionadas con el diámetro. Por otra parte, cuanto más grande sea el diámetro, más tiempo se tarda en alcanzar el estado estacionario y más altos son los costes de operación. El modelo Delft sugiere que ese diámetro debe de tener entre 0.3 y 0.6 m.

Respecto a la altura de la columna, normalmente la mala distribución del líquido hace que la altura de la columna se vea aumentada, por lo que los resultados procedentes de lechos más bien cortos suelen ser demasiado optimista. Doblar la altura de la columna puede ser una buena previsión, pero no garantiza la precisión en la experimentación. Todo esto nos conduce a la elección de un sistema en el que se tenga en cuenta la máxima altura de columna que da lugar a una extrema pureza y puede llevar a sustanciales errores en la composición y consecuentemente en la eficiencia. Una buena aproximación de altura es aquella de unos 20-25 estadios, pero depende del área específica del relleno y también del factor de carga del gas (ver anexo VI, ecuación A6.20).

Las operaciones continuas junto con un reflujo total es la mejor elección. Aunque el tiempo en alcanzar el estado estacionario, una vez puesta en marcha la instalación, va a depender de las dimensiones de la columna. El efecto de la continuidad/ discontinuidad fue estudiado por los alumnos de la Universidad de la TU Delft. No encontraron diferencias visibles en los resultados entre las operaciones diarias y las hechas a lo largo de varios días y noches. Ahora bien, la operación continua es capaz de completar la experimentación en una semana o menos, mientras que la operación discontinua tarda de dos a tres semanas. Sin embargo para una universidad no es posible tener a una persona día y noche, con lo que generalmente se suele optar por el método discontinuo aunque esto requiera un mayor tiempo.

El reflujo total está prácticamente aceptado como un estándar. A pesar de que los resultados pueden diferir de un reflujo finito. Al final de los años 80, un estudio realizado por la empresa Sulzer, empresa que se encarga de la fabricación de rellenos estructurados entre otras productos, llega a la conclusión de que no hay diferencias significativas en los resultados con reflujo total que con reflujo finito. A raíz de esto, Sulzer y muchas empresas sólo van a dar resultados de las miniplantas que trabajan con reflujo total. Recientemente un estudio realizado en Japón, en condiciones continuas y con un relleno estructurado, en concreto un tipo llamado Montzpak B1-250, muestra que se obtienen unos resultados ligeramente mejores con reflujo continuo y reflujo total.

Otra cuestión de vital importancia es la mezcla con la que se lleva a cabo el estudio. Es muy importante encontrar una mezcla estándar, capaz de funcionar bien entre 100 y 1000 milibares que es la presión para la que generalmente están diseñados los rellenos estructurados. Esta mezcla fue buscada y encontrada, y se estableció que la mezcla de clorobenceno/etilbenzeno (CB/EB) era la mejor elección y ha sido utilizada por distintas empresas europeas, a lo largo de muchos años como Sulzer, o más recientemente Bayer Technical Services. En U.S.A. prefieren trabajar con ciclohexano/n-heptano (CH/nH), que es la segunda mejor opción y un sistema que se encuentra muy bien documentado.

En un principio un sistema de CB/EB es más conveniente porque tiene una volatilidad relativa constante a lo largo de la toda la columna. Esto evita las incertidumbres asociadas con el efecto de la pérdida de la presión en el perfil de temperatura, que en el

caso de mezclas con un amplio rango de temperatura de ebullición, conduce a significativas diferencias en propiedades relevantes en la cabeza y cola de la columna. Una deficiencia del sistema CB/EB es que a presión atmosférica, a la cual se necesita mayores temperaturas, la máxima carga del líquido obtenida está muy por debajo de los valores que podrían ser interesantes en el caso de que la instalación operase con cargas líquidas de más de $20 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$. Para alcanzar una carga de líquido entre $25\text{-}30 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ con un sistema de CB/EB a presión atmosférica en una columna de relleno estructurado, se debe de tener un factor de carga de gas con un valor de 4 aproximadamente.

Como resumen pues se puede decir que a la hora de estudiar la rectificación en una columna con relleno estructurado, se han establecido una serie de condiciones como son construcción de miniplantas, reflujo total, una mezcla de CB/EB y presiones entre 100 y 1000 mbar. En el presente proyecto se tomaron en cuenta estas condiciones, y así pues se estudió la rectificación en una columna, ya existente, con relleno estructurado, en la que se trabajó con un reflujo total y una mezcla de CB/EB.

En la investigación realizada, se estudió la mezcla de baja viscosidad CB/EB, la cual permitió calibrar el funcionamiento de la columna en un amplio rango de condiciones. En una primera etapa, los resultados experimentales se compararon con datos que se encuentran en la bibliografía buscada. En un segundo paso, se construyó un modelo ya existente, y se compararon los resultados experimentales con los del modelo para las mismas condiciones.

En el contexto del trabajo, se investigaron los siguientes puntos:

- Búsqueda bibliográfica sobre la calibración en una columna de relleno estructurado y sobre los modelos de cálculo de la eficacia de la separación y la fluidodinámica de una columna de destilación.
- Puesta en marcha de una columna de rectificación con relleno estructurado y pruebas de ensayo con un nuevo intercambiador de calor.
- Medidas de la eficacia de la separación y de la fluidodinámica para el sistema CB/EB a distintas presiones.
- Estudio de la exactitud/precisión de los valores medidos y de las dimensiones calculadas (por ejemplo, el valor NSTM o “number of theoretical stages per meter”).
- Comparación de los resultados experimentales con los modelos existentes (Billet & Schultes / Rocha, Bravo & Fair / Oluje) y con otros resultados de sistemas viscosos.

Este proyecto ha sido realizado en el Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik (ICTV), perteneciente a la Technische Universität Braunschweig, en la ciudad de Braunschweig (Alemania), en el que llevan tiempo estudiando la destilación. En el marco de una beca Erasmus, y por tanto en un programa de movilidad internacional.

El presente trabajo se ha estructurado en los siguientes apartados:

- Descripción de la planta, en donde se describe los principales componentes de la instalación y se describe brevemente el proceso.

- Descripción del método y resultados experimentales, en donde se describe el modo en el que se realiza la experimentación y se expone los resultados obtenidos trabajando con la miniplanta, teniendo en cuenta especialmente los casos de inundación de la columna y las diferencias de los intercambiadores de calor utilizados.
- Modelo de Lorenzo Del Carlo, Žarko Olujić y Alessandro Paglianti, DOP [7], en donde se describe este modelo y las consideraciones que se han tomado para realizarlo.
- Comparación de los resultados experimentales y los del modelo DOP. En este apartado se comparan los resultados experimentales con los datos obtenidos con el modelo al introducir los datos de la experimentación. Además se compara los resultados obtenidos con el modelo a partir de los datos experimentales con un caso de relleno y de mezcla distinta al caso presente y se estudia el efecto que tienen distintas características del relleno y de la mezcla en el modelo.
- Conclusiones.
- Bibliografía
- Anexos.

2. DESCRIPCIÓN DE LA PLANTA

Como ya se dijo en la introducción, se trabajó con una miniplanta de rectificación de relleno estructurado ya existente, en la que posteriormente se cambiaría el intercambiador de calor y consecuentemente la cola de la columna, entre otros aspectos. Por tanto podemos hablar de dos instalaciones distintas pero que solo difieren en las dimensiones de la cola. Este cambio se realizó debido a que con el antiguo, y más pequeño intercambiador de calor, los máximos valores del factor carga del gas (la definición de éste se encuentra en el anexo VI, A6.20), eran bajos y alejados de las condiciones del punto de inundación que era el que se estaba buscando. De esta forma con el segundo intercambiador tenemos un intervalo mayor, en cuanto se refiere al estudio de los distintos parámetros.

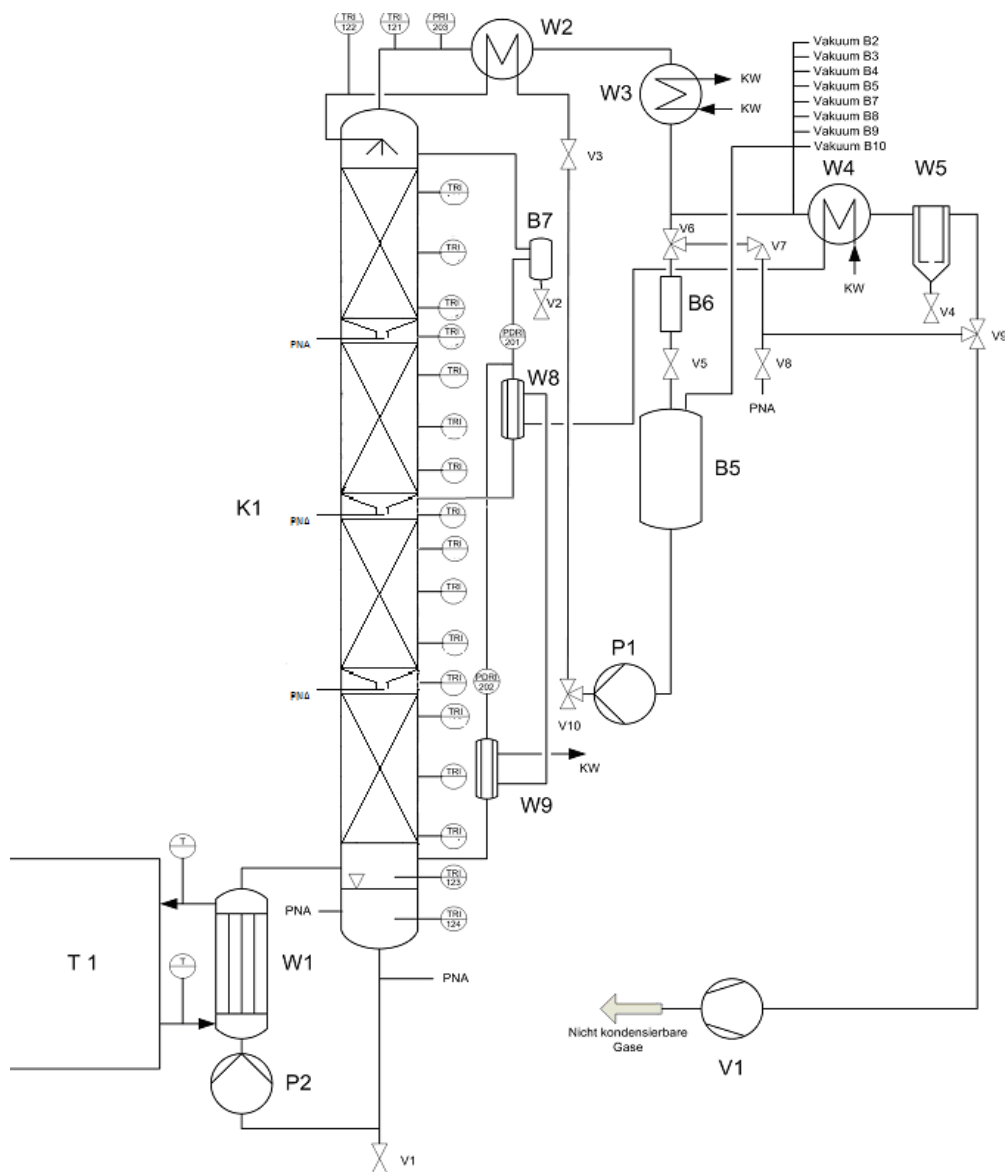


Figura 2.1: Diagrama de la planta

Una visión general de la instalación es la que se tiene en la figura anterior (ver anexo I y anexo X). Así pues como en todas las columnas de destilación la operación empieza cuando el calentador, situado en la cola de la columna, eleva la temperatura de la mezcla hasta el valor deseado. El vapor generado empieza a ascender por la columna y al pasar por los condensadores, parte de este vapor pasa a líquido y vuelve a caer en la columna, de esta forma se crea un flujo a contracorriente entre el gas que se ha evaporado y el líquido de la mezcla que se condensa.

El calentador (W1) es un intercambiador de calor de tubos y está conectado con la cola, de forma que, por el interior de unos tubos pasa el aceite caliente y por otros tubos pasa la mezcla de la cola, la cual se desea calentar. El aceite se calienta en un termostato (T1) al cual hay que introducirle una consigna. De esta manera es como se calienta la mezcla. W1 es denominado también en muchas ocasiones evaporador.

Otra diferencia muy importante entre el intercambiador de calor utilizado en primer lugar y más pequeño y el utilizado después, es que en el primero se establecía una circulación natural en la cola, mientras que en el segundo, había una forzada mediante una bomba (P2), la cual además de podía regular con distintas frecuencias.

La presión a la cual se quiere que trabaje la columna se consigue con un vacuómetro (V1). Sobre la cola se tiene la columna (K1) en sí, con un relleno de la empresa Sulzer, y del tipo Mellapak 500Y, con una altura de 2'4 m. El relleno está dividido en tres etapas con un espacio entre ellas y cada etapa del relleno tiene tres sensores de temperatura. En el espacio que hay entre etapas del relleno (llamados ZS1, ZS2 y ZS3 desde la cola a la cabeza nombrados respectivamente) hay un sensor de temperatura y otro de presión. Al final de columna, en la cabeza se tiene un condensador en forma de serpentín (W2). Unido a este serpentín mediante tubos se tiene otro condensador (W3) más grande. Y este se une ya con el depósito del condensado (B5). Antes del depósito se encuentran dos conexiones, un condensador (W4) y un enfriador (W5), ambos de seguridad. Conectado al segundo condensador W3 se construye un mecanismo para poder tomar muestras de la instalación sin tener que parar el funcionamiento de la misma, que es básicamente una llave comunicada con un pequeño depósito, que se puede abrir y cerrar. Para tomar una muestra, primero se abre la llave, con el depósito cerrado, y una vez se tiene unos 4 o 5 ml de mezcla se cierra la llave.

Entre el depósito del condensado y el condensador W3 se tiene un recipiente de retención de líquido graduado (B6), el cual tiene una llave en la parte inferior, cuya posición determina si pasa o no el líquido al depósito B5. Este recipiente es utilizado para medir el caudal volumétrico, siempre y cuando la llave impida que el condensado pase al depósito.

Se tiene también una bomba (P1) que conecta el depósito con la cabeza de la columna o el depósito de la columna con el exterior, según se coloque la llave que tiene en la parte inferior izquierda. Cuando la instalación está en funcionamiento, esta llave conecta el depósito con la parte superior de la columna o cabeza. Así pues se trabaja con un reflujo total.

Se trabaja con un programa informático de la marca Hitec, el cual por medio de distintos sensores va almacenando la temperatura a lo largo de la columna y la presión en la cabeza y la cola, así como otros datos, y realizar otras funciones (ver anexo 2).

A lo largo de la experimentación hubo que calibrar distintos sensores de temperatura y de presión (ver anexos IV y V). Se tienen sensores de presión en la cabeza, en la cola, y dos a lo largo de la columna situados de forma que cada uno mida la presión diferencial de la mitad de K1, es decir, uno desde la cabeza hasta la mitad de K1 y otro desde la mitad de K1 a la cola. Se tienen tres sensores de temperatura en cada una de las tres etapas del relleno y para la cola, el reflujo, ZS1, ZS2 y ZS3 se tienen dos, uno para el líquido y otro para el gas. También existe otro sensor de temperatura para medir la temperatura de la cola.

La calibración tomó un protagonismo importante, ya que la falta de ésta puede inducir a unos resultados erróneos y puesto que la rectificación es precisamente la operación de separación de componentes de una mezcla, cuyos puntos de ebullición están muy próximos, no podía saltarse esta etapa, pues una medida incorrecta puede llevar a calcular a una serie de parámetros de la columna que describen su comportamiento y su zona óptima cuando no es así y realmente este comportamiento corresponde a otras condiciones y no a las que se cree en un principio. Así pues la precisión en la medida es un factor determinante para conseguir el éxito en el ensayo con la columna.

También surgieron distintos problemas, con los sensores de temperatura, los de presión, el termostato, la bomba de la cola, P2, y la aparición de un Flash (ver anexo VIII). Cuando se implantó el segundo intercambiador de calor, se colocaron los sensores de temperatura de aceite del termostato a la inversa, por lo que hubo que volver a cambiarlos, además de tener que colocar el termostato en una posición más alta, pues sino el aceite no llegaba al intercambiador de calor. El termostato se rompió en un momento determinado de la experimentación y se tuvo que sustituir por otro. Hubo que sustituir algún sensor de presión porque no funcionaba correctamente. No se tenían referencias sobre la bomba P2 en un sistema como el del presente proyecto, por lo que se tuvo que estudiar su funcionamiento en el sistema. Para ello se hicieron distintos ensayos en los que se estudia el efecto de una temperatura fija y una frecuencia variable y viceversa sobre el caudal volumétrico de la instalación. El estudio del caudal volumétrico es clave, pues este nos da cierta información cualitativa de cuál puede ser el factor de carga del gas, y más o menos se puede intuir un intervalo de valores que puede tener. Se llegó a la conclusión de que mayor frecuencia mayor caudal volumétrico y por tanto mayor factor de carga del gas. Y por último la aparición del Flash en la cola. Se estudio éste, y tras varios ensayos se llegó a la conclusión de que cuando ocurre, se puede llegar también a un estado estacionario y que los resultados obtenidos con éste son similares a los que se pueden obtener sin la aparición del flash con sus correspondientes condiciones de temperatura y presión. También se estudio como eliminar el Flash y la fuente de error se fijó en la serie de encendido termostato-vacuómetro. Para que no se provocase la separación líquido-gas, se tenía que encender primero el termostato y esperar a que se alcanzara la temperatura de la consigna, y una vez se había conseguido esto se encendía el vacuómetro y se fijaba la presión deseada.

Todos estos problemas provocaron un retraso en la realización de más experimentos y por tanto en la obtención de más datos experimentales.

3. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1 DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

A partir de las distintas presiones y temperaturas registradas, y las fracciones molares de la mezcla en cola y cabeza se determinará distintos parámetros que describen el comportamiento de la columna y que pueden ser tomados como una medida de la eficacia de separación y de la fluidodinámica.

En primer lugar, se determinó una recta de calibrado para relacionar la densidad con las fracciones molares de cada componente de la mezcla CB/EB (ver anexo III). Para obtener esta recta lo que se hizo fue hacer distintas disoluciones de CB/EB, con una fracción molar conocida y medir la densidad con el densímetro. La densidad de cada componente puro se conoce pues es dada por el fabricante en el pertinente envase. Y así representando la densidad frente a la fracción molar del CB podemos obtener una curva. Así pues la curva obtenida fue:

$$x_{CB} = 6.6445\rho_{mezcla}^3 - 22.7505\rho_{mezcla}^2 + 29.5807\rho_{mezcla} - 12.8749 \quad (3.1.1)$$

La instalación se ponía en marcha y en torno a las dos horas, cuando ya se encontraban las distintas propiedades constantes o con unas oscilaciones aceptables, se cogía una muestra. Y a partir de este momento, cada hora se recogía una muestra. De estas muestras se mide la densidad y a partir de la densidad, con la recta de calibrado se determina la fracción molar. Cuando la diferencia en la fracción molar de dos muestras consecutivas era muy pequeña se consideraba que ya se había alcanzado el estado estacionario, cosa que ocurría en torno a las 4 o 5 horas. Una vez que se había alcanzado este estado estacionario se cogían muestras de la cola y de varias localizaciones a lo largo de la columna, es decir ZS2 y ZS3, mediante una jeringa y se medía también el caudal. También se toma una muestra del condensado de la cabeza, a través del dispositivo por el que ordinariamente se toman las muestras. Hay que decir que a lo largo de la columna hay distintos dispositivos para permitir, tanto la recogida de muestras como la introducción de los sensores de temperatura. La columna dispone de varios orificios que pueden ser cubiertos con tapones y a través de los cuales se pueden situar los sensores. En el caso de la recogida de muestras, se utilizaron tapones en los que se puede introducir unas láminas de silicona y/o teflón como cubierta y así ser traspasados por la jeringa para la recogida de muestras.

Con la temperatura, la presión, las fracciones molares, el caudal y alguna característica de la columna y propiedades de los compuestos de la mezcla se tiene como objetivo determinar el factor de carga para el gas, F -f o F -factor, con éste el NSTM y así poder calcular el HETP también llamado “equilibrium stages” o “theoretical plate” (ver anexo VI). Se puede decir que a lo largo de la experimentación uno de los parámetros que más se va a tener en cuenta es el factor de carga del gas, F -factor o F -f:

$$F - f = v_g \sqrt{\rho_{g,Gem}} [\text{Pa}]^{1/2} \quad (3.1.2)$$

Donde v_g es la velocidad media del gas en la columna en m/s y $\rho_{g,Gem}$ es la densidad del gas a lo largo de la columna en Kg/m³ y calculado como el promedio de las distintas densidades calculadas a lo largo de los distintos puntos de la columna.

El NSTM se define de la siguiente forma:

$$NSTM = \frac{(n_{th}-1)}{Altura_relleno} [1/m] \quad (3.1.3) \quad y \quad n_{th} = \frac{\log \left[\frac{x_d(1-x_s)}{x_s(1-x_d)} \right]}{\log \alpha} \quad (3.1.4)$$

Donde n_{th} es el número teórico de etapas, x_d es la fracción molar en la cola, x_s la fracción molar en la cabeza y α es la volatilidad relativa entre la cola y la cabeza y $Altura_relleno$ es la altura real del relleno, que son 2.4 m.

Y la relación entre el NSTM y el HETP queda fijada de la siguiente manera:

$$HETP = \frac{1}{NSTM} [m] \quad (3.1.5)$$

De esta manera, gracias a la temperatura media de la columna, podemos calcular la densidad del flujo líquido con una relación proveniente del VDI-Wärmeatlas y la densidad del gas (ecuación de los gases ideales); la volatilidad relativa y las presiones parciales (ecuación de Antoine) con la temperatura de la cabeza y la cola; la entalpía de vaporización (ecuación de Watson) y la capacidad calorífica. Todos estos parámetros se calculan para cada sustancia pura y posteriormente se utiliza las fracciones molares para calcular los de la mezcla.

Además con estos datos y el caudal volumétrico medido, se calcula una corrección en el caudal másico en la cabeza de la columna debido a la condensación que puede experimentar el gas en la entrada del reflujo en la cabeza, con el cual se calcularan los factores de carga, tanto para el líquido como para el gas, y con esto finalmente se calculará el valor NSTM y con este el HETP.

También hay que decir que cada cierto tiempo, se introducía más mezcla al depósito del condensado, pues a medida que se tomaban muestras se extraía líquido de la columna, con lo cual se volvía a rellenar. Para ello antes de comenzar con la experimentación se cogía la concentración en el condensado calculada el día anterior y se llevaba a cabo una disolución con esta concentración que seguidamente era introducida en el depósito del condensado, B5.

Por último decir que las sustancias con las que se trabajaba eran tóxicas, con lo que tanto la recogida de muestras como la medición de su densidad, debían realizarse con guantes de látex, los cuales debían ser desechados una vez medida la muestra. También hay que decir que para la toma de la muestra y la medida de la densidad, se debía trabajar con gafas protectoras y bata de laboratorio (ver anexo XI donde se encuentran las fichas de seguridad del CB y el EB).

3.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados obtenidos con el primer evaporador fueron los siguientes:

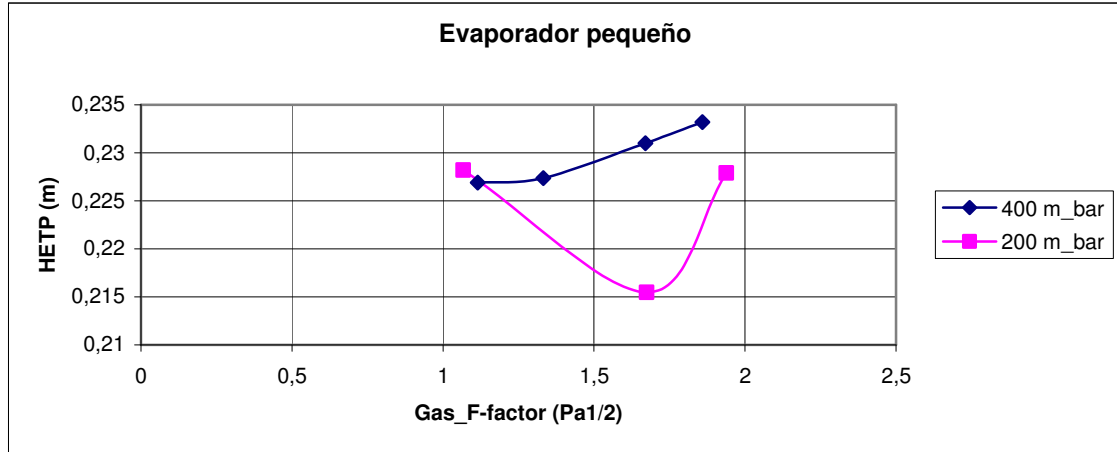


Figura 3.2.1: Resultados experimentales del evaporador pequeño

Los resultados obtenidos para 400 mbar se ajustan a los datos bibliográficos, aunque son sensiblemente mayores, dan valores de HETP más altos que los bibliográficos [8] [9], [10], [11] mientras que los resultados experimentales para 200 mbar no son extraños cuanto menos y no se corresponden con ningún dato bibliográfico, por eso se ha considerado no analizarlos y desecharlos.

Por norma general, cuanto mayor es el valor de temperatura de la consigna en el termostato, mayor caudal volumétrico se obtiene y mayores factores de carga, y en principio también se deberían obtener mayores valores de HETP, y por tanto menores de NSTM

Y los resultados obtenidos con el segundo evaporador fueron:

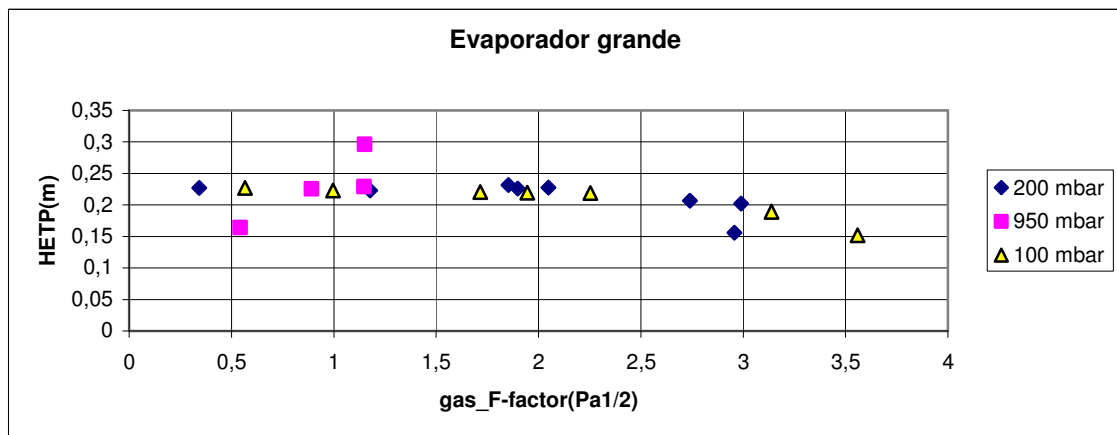


Figura 3.2.2: Resultados experimentales del evaporador grande.

La única serie que coincide en tendencia con las tendencias bibliográfica es la de 950 mbar, y al igual que antes los valores que da del HETP son ligeramente superiores a los

bibliográficos. Para el resto de las series hay que decir que la diferencia entre los valores de HETP es bastante pequeña, y es cuando se trabaja con valores altos del factor de carga del gas, y precisamente cuando se está cerca del punto de inundación o en éste (los puntos de inundación de la columna son los últimos para las series de 200 y 100 mbar), cuando los valores de HETP obtenidos tienen una diferencia mayor con el resto de puntos, aún cuando ésta tampoco es muy marcada. Además para estas series en principio sí que hay un aumento del HETP con el aumento del factor de carga, pero a partir de un factor de carga de 2, el valor HETP comienza a descender.

La pérdida de presión en la columna también es un buen instrumento para describir el comportamiento, sobre todo a la hora de identificar la inundación de la columna por tanto también se comparó con los datos bibliográficos.

Los resultados experimentales para el primer evaporador fueron:

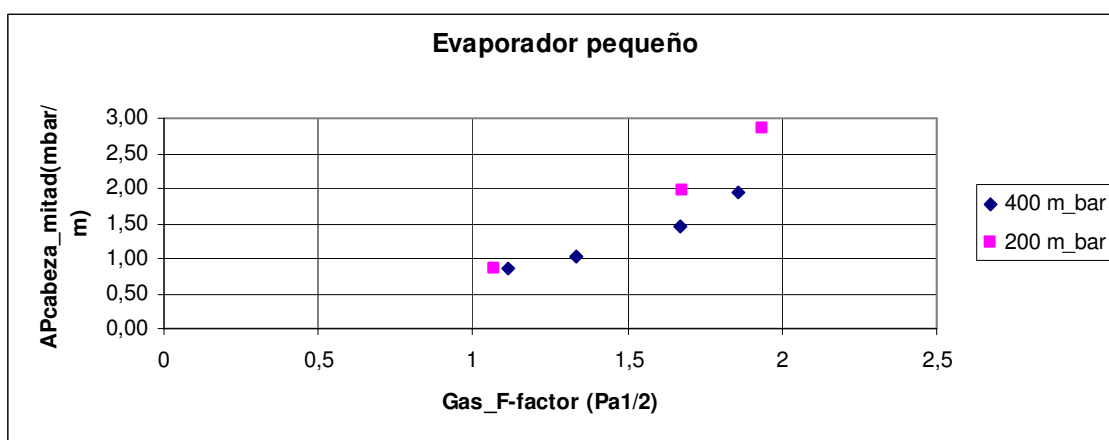


Figura 3.2.2: Resultados experimentales del evaporador pequeño, pérdida de presión en la parte superior de la columna.

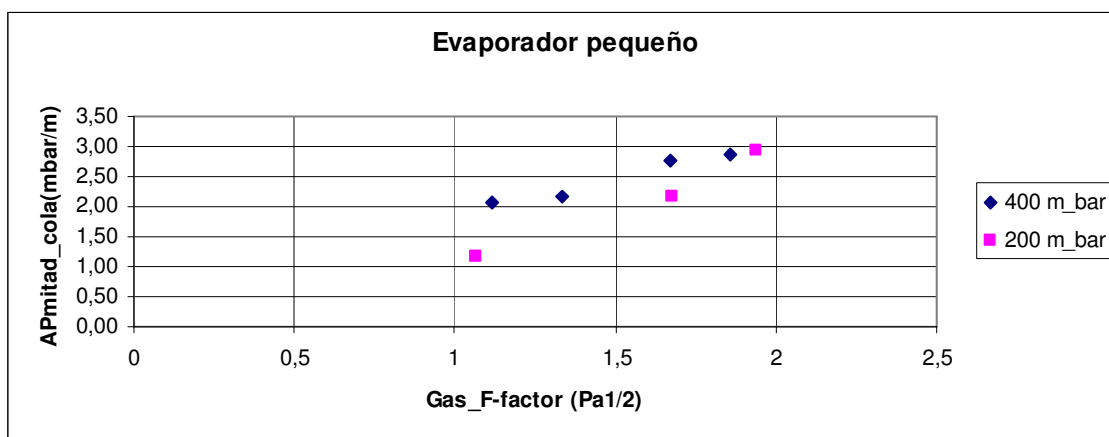


Figura 3.2.3: Resultados experimentales del evaporador pequeño, pérdida de presión en la parte inferior de la columna.

Ambas series coinciden en tendencia con la bibliografía consultada y cuanto mayor es el factor de carga del gas mayor pérdida de presión en la columna. Aunque la pérdida de presión en este caso es sensiblemente inferior a la consultada bibliográficamente. Como

se puede observar también las pérdidas de presión son similares en ambas partes de la columna.

Para el evaporador grande se obtuvieron los siguientes resultados:

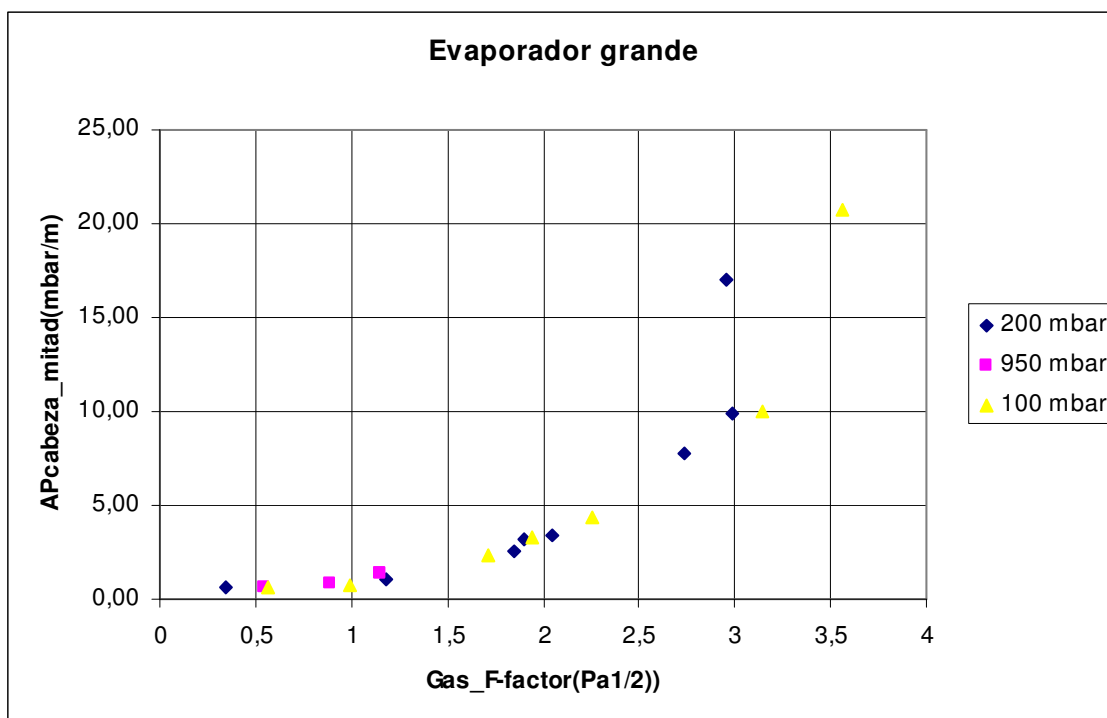


Figura 3.2.4: Resultados experimentales del evaporador grande, pérdida de presión en la parte superior de la columna.

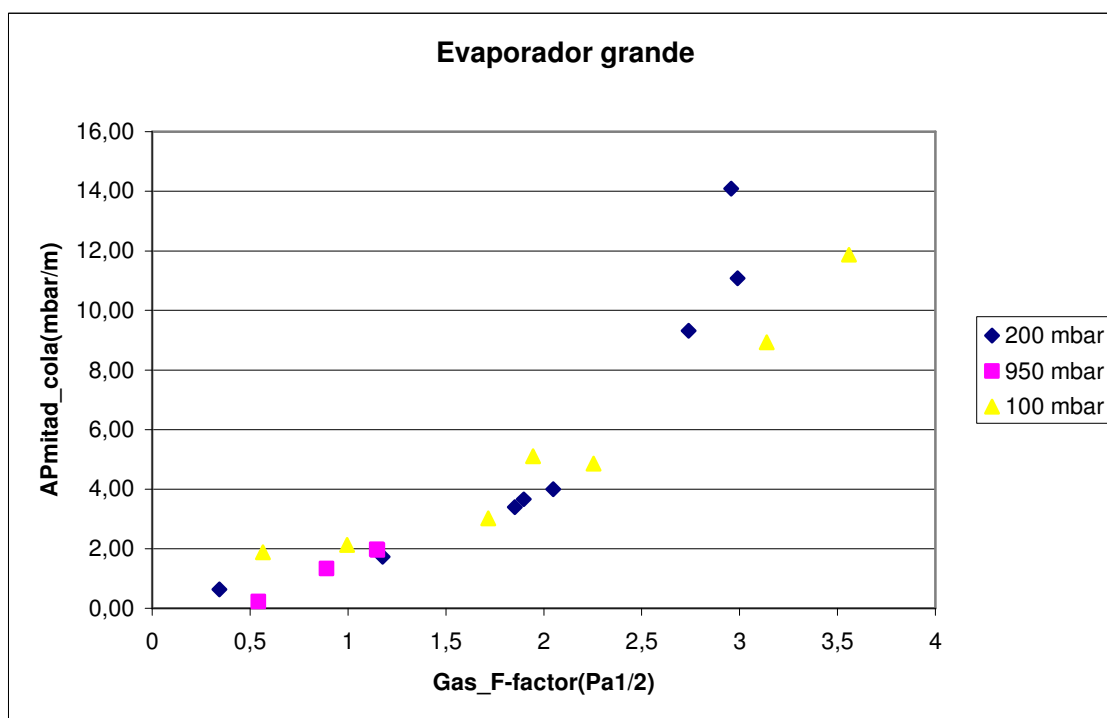


Figura 3.2.5: Resultados experimentales del evaporador grande, pérdida de presión en la parte inferior de la columna.

La pérdida de presión en la columna sigue la misma tendencia que en la bibliografía consultada, es decir, a mayor factor de carga se tiene una mayor pérdida de presión. Sin embargo esta pérdida es mayor en el caso experimental que en la bibliografía consultada. Por otra parte se puede observar en la gráfica que la pérdida de carga es mayor en la parte superior de la columna que en la parte inferior.

Con este evaporador grande se consiguió inundar la columna en dos ocasiones, una a 100 mbar y otra a 200 mbar, y corresponde a los mayores valores de factor de carga del gas para cada serie.

3.3. INUNDACIÓN DE LA COLUMNA

Como ya se ha dicho se inunda la columna en dos ocasiones: una con unas condiciones de 200 mbar y 126°C y en otra ocasión con 100 mbar y 104.8°C.

Cuando se alcanza el punto de inundación, lo que sucede es que parte del vapor de la columna condensa y crea una circulación que puede situarse en una zona determinada de la columna o en la columna entera, de forma que crea cierto “colapso” y dificulta la destilación.

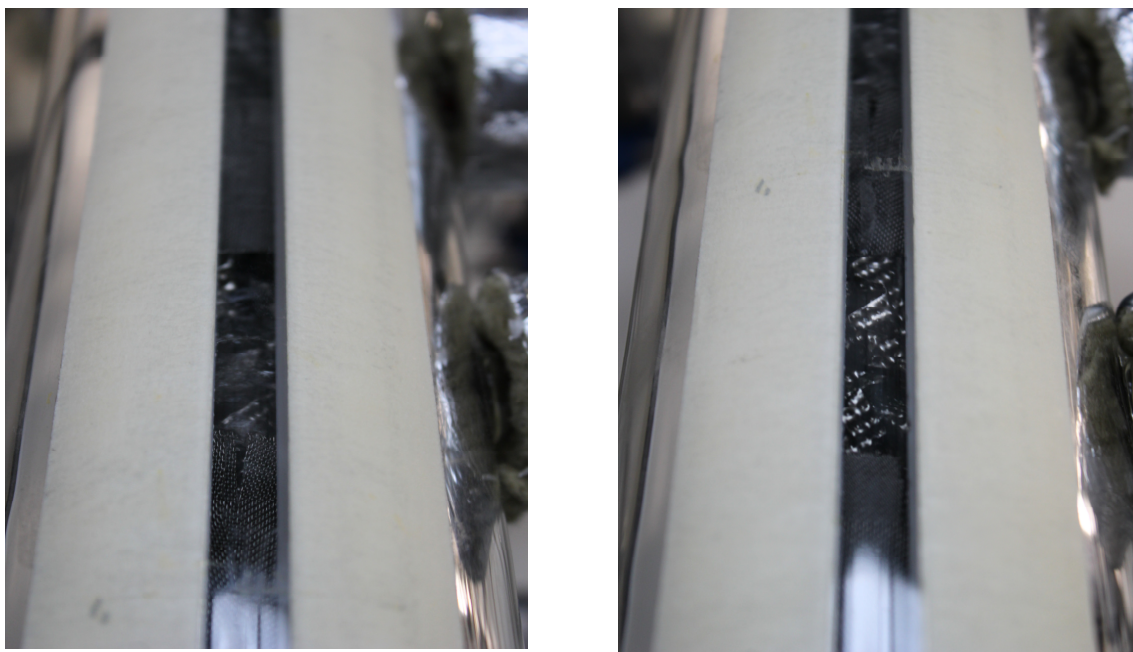


Figura 3.3.1: Inundación de parte de la columna (imagen de la izquierda) y normal funcionamiento de la misma (imagen de la derecha)

La figura 3.3.1 intenta mostrar lo que se ve cuando la inundación sucede y además incluye otra imagen que corresponde a cuando ésta no sucede, para poder ver así la diferencia. Como se puede ver, con la inundación se instala una especie de “nube”, que no es más que líquido condensado, en una determinada parte de la columna, dificultando el paso tanto del flujo gaseoso de mezcla que proviene de la parte inferior, como el flujo líquido de mezcla que proviene de la parte superior, pudiendo éste último además aumentar el efecto de la inundación. La caída del HETP es la consecuencia más directa de la inundación y por consiguiente la pérdida de eficacia.

Para identificar la inundación es de gran ayuda la pérdida de presión. Cuando esta pérdida de presión supera los 10 mbar/m hay un riesgo de que tal efecto suceda. Para observar el efecto de la variación de la presión, se va a representar la variación de la misma en los experimentos donde se inundó la columna.

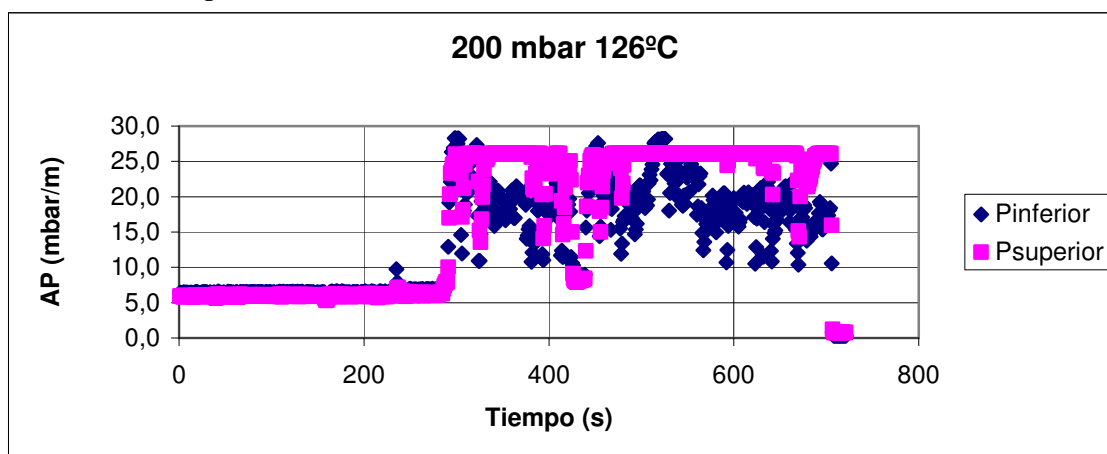


Figura 3.3.2: Variación de la presión en la columna a lo largo de la experimentación para 200 mbar y 126°C.

En la gráfica anterior y en la siguiente cada punto del eje de las ordenadas, Tiempo, representa medio minuto, es decir, 30 segundos, así pues 800 puntos son 24000 segundos. La serie Psuperior, es la pérdida de presión en la parte superior de la columna, mientras que la Pinferior es la de la parte inferior. Alrededor de los 300 puntos, la columna empieza a inundarse y como se puede comprobar la pérdida de presión alcanzada es de hasta aproximadamente 30 mbar/m. Para la Psuperior se observa un comportamiento constante casi todo el intervalo de tiempo en que la columna se está inundando, esto indica que el sensor ha alcanzado ya el máximo y no puede medir presiones más altas.

Para el caso de 100 mbar y 104.8 °C, representado en la figura 3.3.3, la columna empezó a inundarse desde el principio de ahí que la pérdida de presión se mantenga más o menos constante, pero tanto para Psuperior como para la Pinferior, es mucho mayor que 10 mbar/m. La pérdida de presión en este segundo caso en el que la presión del vacuómetro es inferior, es ligeramente menor que en el caso de 200 mbar, tanto para la parte superior de la columna como para la parte inferior.

La temperatura a la cual se consigue inundar la columna corresponde con la máxima temperatura de consigna que se ha determinado para cada serie de presiones, es decir, para 100 y 200 mbar.

Al tener la temperatura máxima para cada serie, la fracción molar de CB en el condensado también va a ser muy alta, de hecho es la más alta para cada serie. Hay que decir que en estos casos en los que se inundó la columna, al comienzo de la experimentación la fracción molar de CB iba aumentando hasta que se llegaba a la inundación, y tras aparecer ésta o bien disminuía o bien se quedaba estancada y así pues se alcanzaba un estado estacionario.

El conocimiento de la inundación en una columna es básico a la hora de determinar la zona óptima de funcionamiento, ya que justamente antes de la inundación es donde se encuentra esta zona óptima.

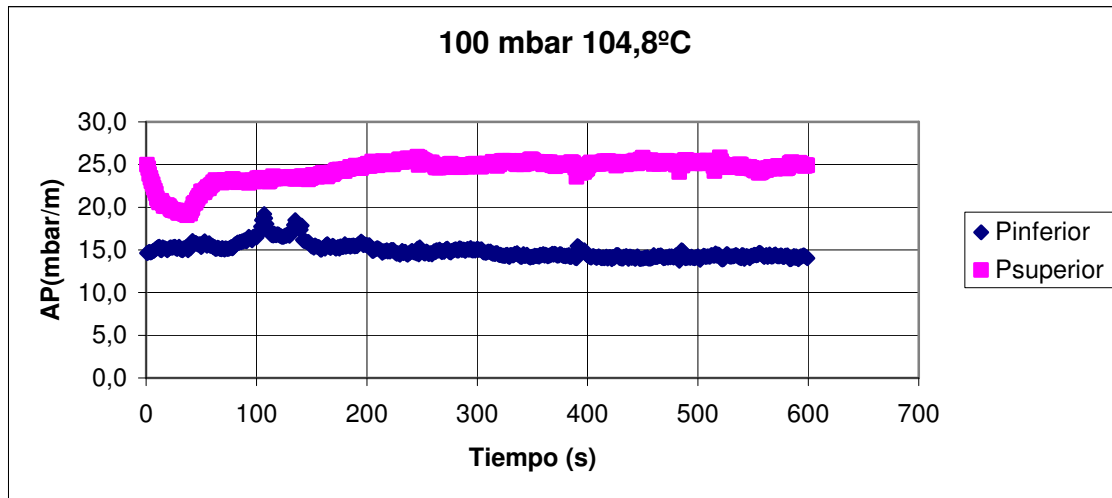


Figura 3.3.3: Variación de la presión en la columna a lo largo de la experimentación para 100 mbar y 104.8°C.

3.4.DIFERENCIAS ENTRE LOS EVAPORADORES

Vamos a establecer ahora una comparación entre los distintos intercambiadores de calor:

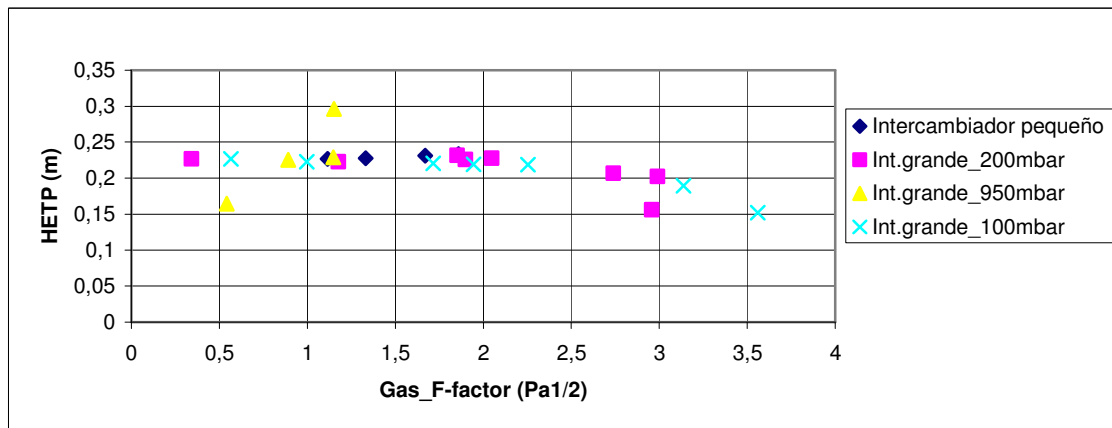


Figura 3.4.1: Comparación de los evaporadores

Bueno la primera diferencia es que con un evaporador más grande se consiguen factores de carga más grandes, ya que se puede calentar mayor cantidad de mezcla y de esta forma puede evaporar mayor cantidad de vapor y tener un caudal mayor circulando por la columna.

Se puede observar que, los valores de HETP para los 400 mbar del intercambiador más pequeño, son los mismos aproximadamente que para el intercambiador más grande trabajando a 100 mbar y 200 mbar. Es decir con el intercambiador de calor más grande se obtienen valores de HETP, más grandes a presiones más bajas.

4.MODELO DOP

Se va a establecer una comparación de los resultados experimentales con un modelo de los existentes, que intentan explicar el comportamiento de este tipo de relleno, Mellapak 500Y.

Este modelo fue llevado a cabo por Lorenzo del Carlo, Žarko Olujić y Alessandro Paglianti y publicado en el año 2006, con el título de Modelo exhaustivo de transferencia para columnas de relleno estructurado.

Este modelo es desarrollado teniendo en cuenta la interacción de la película descendente y la fase gaseosa y así pues incluye el efecto de ambas propiedades físicas en el fluido de trabajo y las características geométricas del relleno. Este modelo no introduce ningún parámetro de ajuste, pero se basa en ecuaciones semiempíricas desarrolladas anteriormente para la predicción de la pérdida de presión y los coeficientes de transferencia de masa en procesos de absorción. El modelo fue validado usando datos experimentales con reflujo total en diferentes sistemas y con diferentes condiciones de operación incluyendo los rellenos convencionales y de alta capacidad o diferentes áreas específicas y diferentes ángulos de corrugación. Los resultados indican que simples modelos mecánicos pueden ser usados para describir la fluidodinámica sin el relleno.

El criterio de selección de este método fue la novedad del modelo, ya que el resto de modelos encontrados [12] para explicar el comportamiento de este tipo de relleno ya habían sido lo suficientemente estudiados o requerían el cálculo de ciertas variables en la interfase, lo que podía complicar mucho el trabajo. Por otra parte, Žarko Olujić es un científico danés que constantemente colabora con el Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik (ICTV), perteneciente a la Technische Universität Braunschweig, en la ciudad de Braunschweig (Alemania), y con la empresa Bayer en su estudio de la rectificación con relleno estructurado en la mini-planta que ésta tiene en Leverkusen (Alemania).

El objetivo de este modelo es el de calcular el HETP también llamado “equilibrium stages” o “theoretical plate”, con la siguiente definición:

$$HETP = \frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \left(\frac{U_{SG}}{k_G a_e} + \lambda \frac{U_{SL}}{k_L a_e} \right) \text{ [m]} \quad (4.1)$$

donde λ es el factor de stripping o el radio de la pendiente de equilibrio y la línea de operación en la representación de McCabe(y-x); U_{SG} es la velocidad superficial del gas en m/s, mientras U_{SL} es la del líquido; k_G y k_L son los coeficientes de transferencia de masa para el gas y el líquido respectivamente en m/s y a_e es el área específica mojada efectiva en m^2/m^3 .

Todos estos parámetros son hallados con una serie de fórmulas y ecuaciones semiempíricas que vienen dadas en el modelo y que se pueden consultar en el anexo VII, pero hay que destacar la aportación hecha por parte de las personas que han trabajado en el presente proyecto en la cual se va a poder determinar la variación del F -

factor (ver anexo VI) del gas con el HETP en cada experimento y así poder comparar este modelo con los resultados experimentales que se han obtenido.

Para poder determinar la variación del factor de carga del gas con el valor HETP, se supone un factor máximo de gas, una presión de funcionamiento de la instalación y una fracción molar de clorobenceno (tomada como una media de las fracciones molares entre la cola y la cabeza del CB), es decir, se suponen estos tres grados de libertad.

Con estos grados de libertad se van a calcular otras variables como son: la temperatura del sistema, las densidades del líquido y gas de la mezcla, la tensión superficial, las viscosidades de la mezcla en fase líquido y gas, los coeficientes de difusión tanto para la mezcla líquida como la gaseosa, la volatilidad relativa en la columna y λ , que es el factor de stripping de la columna.

Una vez que se tienen estos valores ya se puede calcular U_{SG} y U_{SL} y con estos es cuando ya se implantan las ecuaciones del modelo, es decir, el cálculo de las variables anteriores no son dadas por el modelo, y solo aporta la información para el cálculo de los coeficientes de transferencia de masa y el área específica mojada efectiva, siempre y cuando se disponga de los valores de éstas velocidades superficiales.

Además hay que decir que para el cálculo del modelo se han de saber de antemano una serie de características geométricas del relleno como son la fracción hueca, ϵ , el área específica a_g , la altura del elemento H_{el} , el ángulo que forma el canal de flujo con la horizontal ϑ y el ángulo de flujo líquido efectivo γ .

La altura del elemento es la altura que tiene las piezas del relleno. En nuestra experimentación todas las piezas del relleno colocadas una encima de la otra tienen una altura total de 2.4 m.

5.COMPARACIÓN DEL MODELO DOP Y LOS DATOS EXPERIMENTALES

5.1. COMPARACIÓN DEL MODELO CON LOS DATOS EXPERIMENTALES

Una vez que se estableció el modelo se debía seleccionar los datos que se requerían. Para la selección de estos datos se recurrió como es obvio a los datos experimentales, así pues se introdujo la presión de trabajo, una media de las fracciones molares del CB entre la cola y la cabeza de todos los experimentos para cada presión y el factor de carga del gas máximo que se consiguió para cada serie de presión.

Para el primer intercambiador de calor el resultado que se obtuvo con el modelo fue:

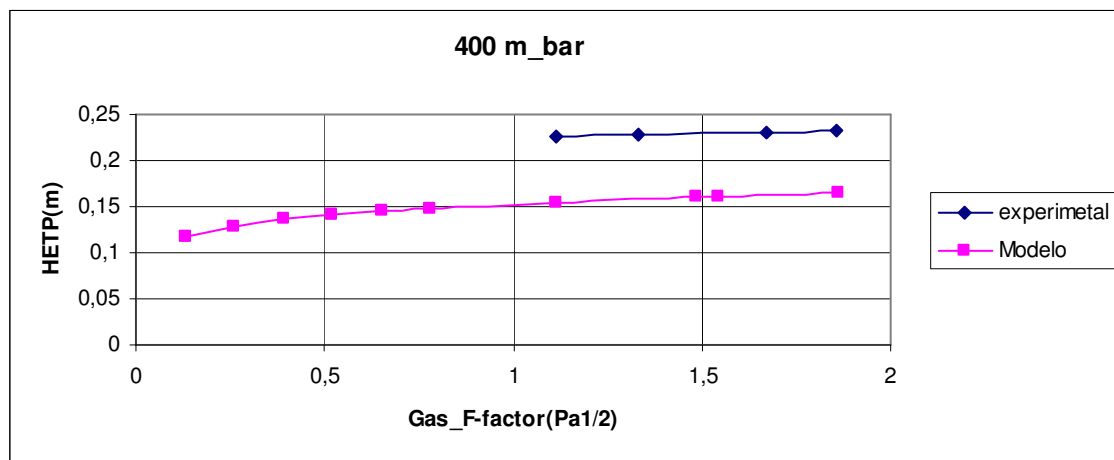


Figura 5.1.1: Comparación resultados experimentales del evaporador pequeño con el modelo

Se tomaron $x_{CB} = 0,23$ und $F_{\max} = 1,86$ para 400 mbar.

Se puede observar que los valores difieren de los experimentales, siendo los valores de HETP con el modelo, inferiores a los experimentales. En principio la tendencia parece ser igual, pero la falta de datos experimentales para factores de carga menores que uno nos impide establecer una comparación.

Para el segundo evaporador se muestran los resultados en las tres figuras siguientes.

Para 200 mbar se tomaron $x_{CB} = 0,62$ und $F_{\max} = 2,96$ para 200 mbar. Y el resultado se muestra en la figura 5.1.2. Se puede observar que el modelo da valores muchos más pequeños del HETP que los obtenidos experimentalmente. La tendencia tampoco es la misma, sin embargo se puede decir que conforme nos acercamos al punto de inundación la diferencia en el valor del HETP se hace cada vez menor, encontrándose en éste la mínima diferencia.

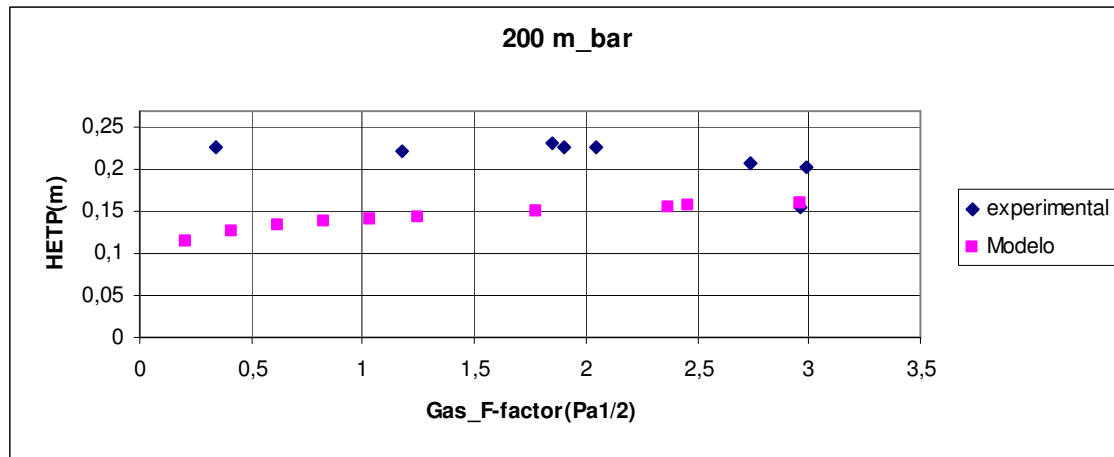


Figura 5.1.2: Comparación resultados experimentales del evaporador grande con el modelo a 200 mbar

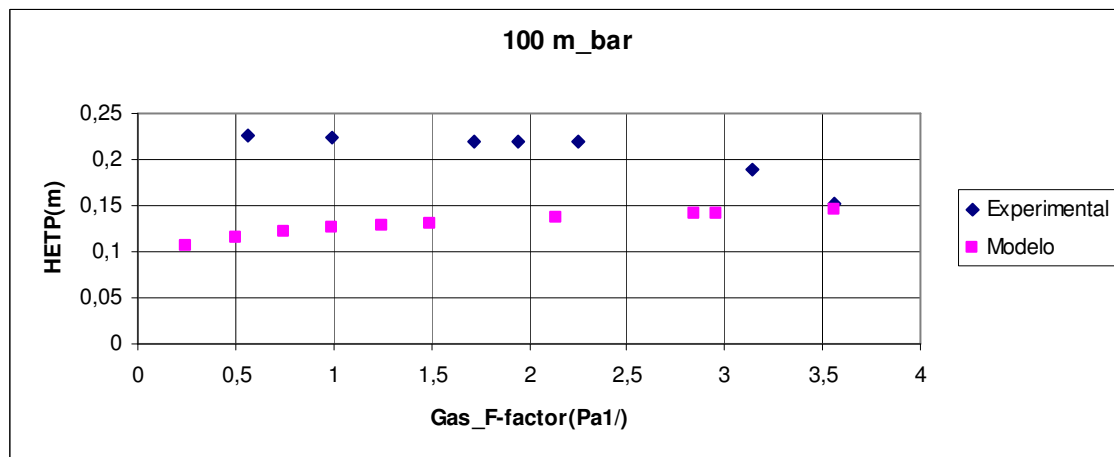


Figura 5.1.3: Comparación resultados experimentales del evaporador grande con el modelo a 100 mbar

Para 100 mbar se tomaron $x_{CB} = 0'66$ und $F_{max} = 3'56$ para 100 mbar.

Para 10 mbar se puede observar en la figura 5.1.3, que el modelo da valores mucho más pequeños del HETP que los obtenidos experimentalmente. La tendencia tampoco es la misma, sin embargo se puede decir que conforme nos acercamos al punto de inundación la diferencia en el valor del HETP se hace cada vez menor, siendo en éste prácticamente nula.

Para 950 mbar se tomaron $x_{CB} = 0'65$ und $F_{max} = 1'15$

En este caso de 950 mbar se puede observar en la figura 5.1.4, que la tendencia es la misma, pero los valores HETP calculados con el modelo siguen siendo inferiores a los experimentales. La falta de más datos experimentales impide establecer una total comparación, pero todo parece indicar que en los valores de HETP inferiores a uno, el modelo y la experimentación pueden dar resultados similares. En esta serie de presión fue cuando el termostato se rompió y no se pudieron llevar a cabo más experimentos, de ahí la escasez de datos.

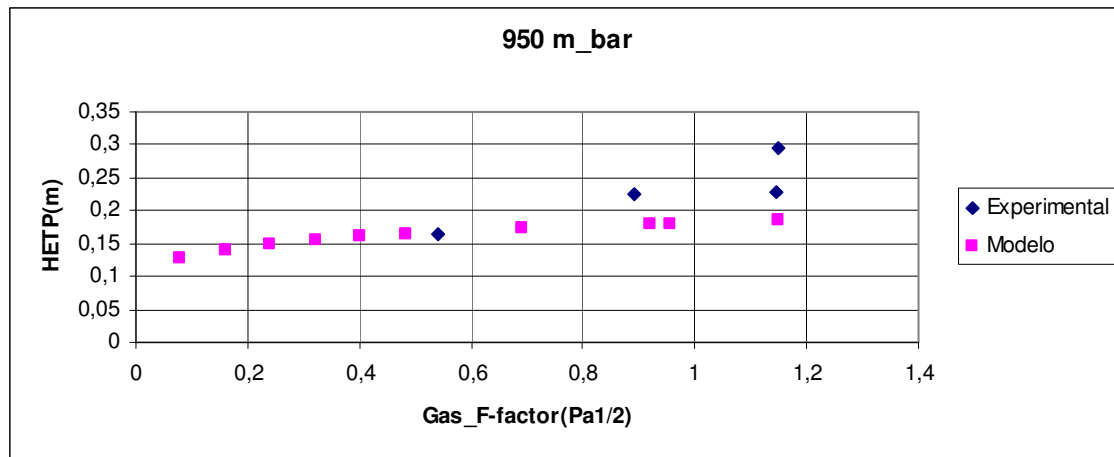


Figura 5.1.4: Comparación resultados experimentales del evaporador grande con el modelo a 950 mbar

Como conclusión podríamos decir que el modelo utilizado funciona bien a presiones atmosféricas a pesar de que da cierta desviación para valores de carga en torno a uno y en adelante, siendo siempre el valor del modelo del HETP inferior a los resultados experimentales. Para bajas presiones el modelo da una gran desviación del valor del HETP, siendo los valores que calcula inferiores a los experimentales. Sin embargo esta desviación va disminuyendo, incluso desaparece en algunos casos, cuando se aproxima al punto de inundación.

5.2 INFLUENCIA DE LOS DISTINTOS PARÁMETROS DEL MODELO COP EN EL HETP CALCULADOS CON DATOS EXPERIMENTALES.

5.2.1. INFLUENCIA a_g Y H_{el}

Se va a establecer una comparación ahora entre los resultados calculados por el modelo en nuestro caso, con el ejemplo calculado en la bibliografía en la cual aparece el modelo y así podremos observar la influencia de distintos parámetros en el valor HETP calculado con el modelo (Ver anexo IX).

En el ejemplo de la bibliografía, nos encontramos con otra mezcla, y algunas diferencias más que a continuación se dan:

- Etilbenceno-Estireno, $x_{EB(top)} = 0.99$, $x_{EB(bottom)} = 0.01$ ($x_{media} = 0.5$)
- $R = 6$ (en nuestro caso $R=1$)
- $P = 66.7$ mbar
- $\alpha = 1.37$
- Tipo relleno estructurado = Montz B1 400
- $m = 0.7737$
- $a_g = 394 \text{ m}^2/\text{m}^3$ y $H_{el} = 0'197$ m (en nuestro caso $a_g = 500 \text{ m}^2/\text{m}^3$ y $H_{el} = 0'102$ m)
- $\varepsilon = 0.96$ (en nuestro caso 0.975)

Se calcula el modelo a una presión de 66,7 mbar, que es la del ejemplo, y para esta presión se cogen los datos de F_{max} , y de fracciones molares para 100 mbar, por ser la presión más cercana que se tiene en los datos experimentales, y el resultado es:

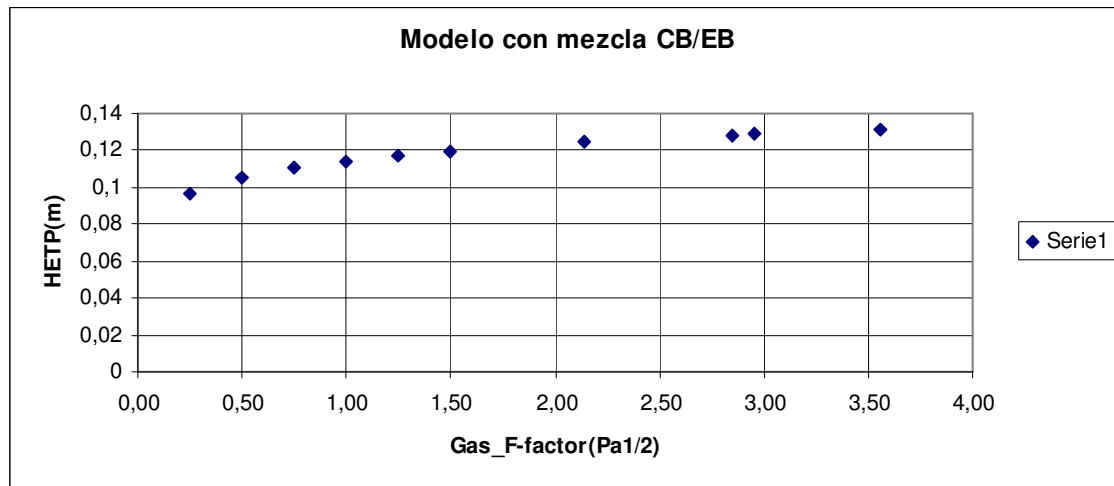


Figura 5.2.1: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico

En el ejemplo de la bibliografía se obtiene un valor de HETP de 0.296 para un valor de una velocidad superficial del gas de 4.57 m/s. En nuestro caso calculado con el modelo, esta velocidad es casi el doble de la máxima velocidad del gas, que corresponde con el máximo valor del factor del gas y por tanto con el máximo valor de HETP, que para ese punto no llega a 0.14. Así pues también se compararon los distintos parámetros y en general todos eran distintos.

Se reflexionó sobre la influencia de los distintos parámetros, y puesto que se está comparando sistemas con distintos componentes, se estudió la influencia de dos de los únicos parámetros que no dependen de esta composición y son distintos para el ejemplo y nuestro experimento.

En el relleno de nuestro trabajo, se tiene que $a_g = 500 \text{ m}^2/\text{m}^3$ y $H_{el} = 0.102 \text{ m}$, mientras que en el ejemplo $a_g = 394 \text{ m}^2/\text{m}^3$ y $H_{el} = 0.197 \text{ m}$. Así pues se fueron variando estos valores, primero por separado y después los dos a la vez, y se obtuvo lo siguiente:

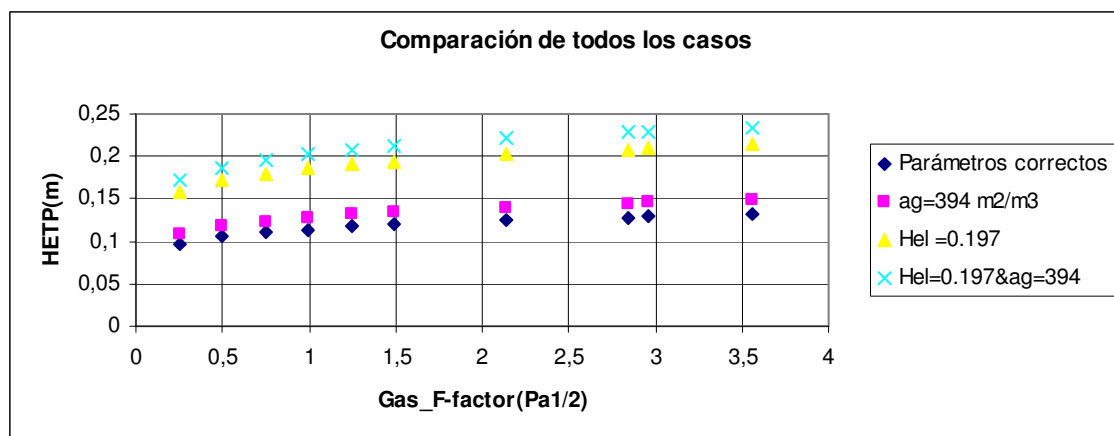


Figura 5.2.2: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico, cambio de los dos parámetros juntos y por separado y comparación de todos los casos

Como se puede observar la influencia de estos parámetros en el HETP, es muy significativa. Al disminuir el área específica, a_g , aumenta el HETP. No ocurre lo mismo con la H_{el} , al aumentar, aumenta el HETP. La influencia del H_{el} , es mayor que la del área específica, tal y como se puede observar en la gráfica. El efecto de cambiar ambas a la vez tiene una repercusión mayor sobre el HETP, que se traduce como un aumento mucho mayor sobre éste, y aunque sigue siendo más pequeño que en el ejemplo se ha disminuido la desviación prácticamente en una décima. Esto puede ser debido, además de que se tiene otra mezcla y reflujo no total, a que la columna del ejemplo está diseñada para escala industrial, mientras que nuestra instalación es a escala laboratorio, y por tanto difieren en dimensiones.

5.2.2. EFECTO DE LA VISCOSIDAD

También vamos a estudiar el efecto de la viscosidad, para ello aumentamos la viscosidad del líquido y del fluido y con el modelo DOP se obtiene:

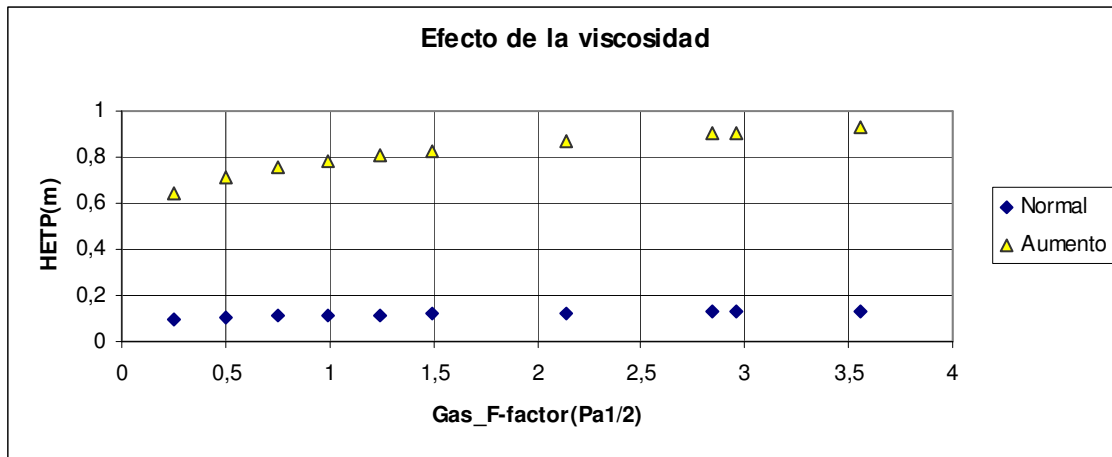


Figura 5.2.2.1: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico, efecto del aumento de las viscosidades.

Aquí la serie Normal corresponde con los datos experimentales más parecidos al ejemplo bibliográfico y Aumento corresponde con un aumento en los valores de la viscosidad sin manipular el resto de los datos. El aumento de las viscosidades provoca un aumento del HETP tal y como se muestra en la gráfica anterior. Un aumento de la viscosidad en principio provoca una disminución de los coeficientes de difusión.

Aumentamos los coeficientes de difusión y el resultado obtenido es el siguiente:

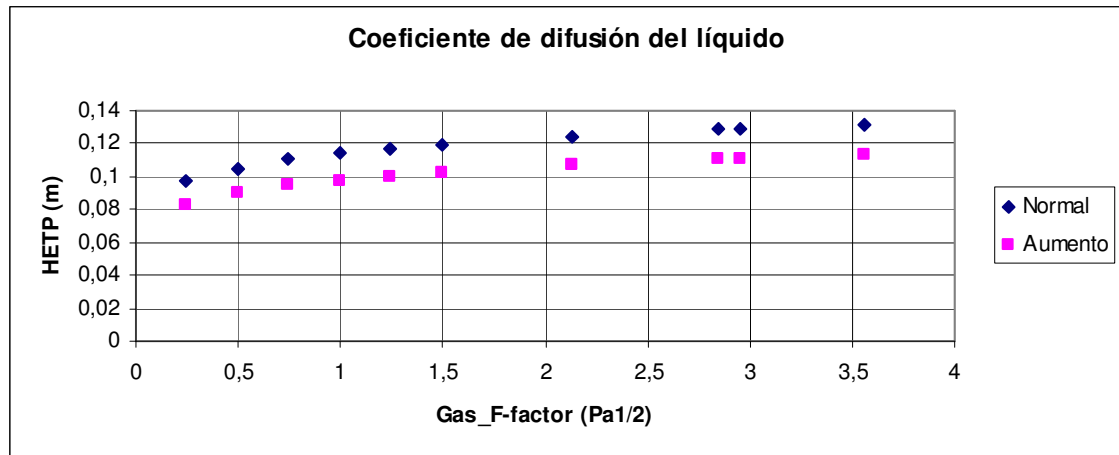


Figura 5.2.2.2: Modelo con la introducción de datos de la mezcla CB/EB, más parecida al ejemplo bibliográfico, efecto del aumento de los coeficientes de difusión.

Como se puede observar el aumento de los coeficientes de difusión, provoca una caída de los valores HETP.

6. CONCLUSIONES

En el presente proyecto se han ido extrayendo una serie de conclusiones tanto respecto al funcionamiento de la instalación, como respecto a la validez del modelo DOP desarrollado.

Para el correcto funcionamiento de la instalación y una correcta medida de las distintas presiones y temperaturas, es imprescindible una buena calibración. Parte del éxito de la columna va a depender de la exactitud y precisión de esta calibración.

La determinación del punto de inundación es una excelente información para saber donde se encuentra la zona óptima de trabajo de la columna, pues se sitúa inmediatamente antes de llegar la zona de inundación. Siempre hay que evitar trabajar en la zona de inundación pues supone una caída brusca de la eficacia de la columna. Uno de los efectos más característicos de la inundación es el gran aumento de la pérdida de la presión que se produce en la columna. La caída del HETP a altos valores del factor de carga del gas es otra de las características de la inundación, esta caída indica la pérdida de la eficacia que la inundación supone para la columna.

El modelo DOP funciona bien a presiones atmosféricas a pesar de que da cierta desviación para valores de carga en torno a uno y en adelante, siendo siempre el valor del modelo del HETP inferior a los resultados experimentales. Para bajas presiones el modelo da una gran desviación del valor del HETP, siendo los valores que calcula inferiores a los experimentales. Sin embargo esta desviación va disminuyendo, incluso desaparece en algunos casos, cuando se aproxima al punto de inundación. Por tanto se puede decir que a bajas presiones describe bien la inundación.

En este modelo se ha demostrado la gran influencia que tienen los parámetros a_g y H_{el} sobre el valor HETP. Al disminuir el área específica, a_g , aumenta el HETP. No ocurre lo mismo con H_{el} , al aumentar, aumenta el HETP. La influencia del H_{el} , es mayor que la del área específica. El efecto de cambiar ambas a la vez tiene una repercusión mayor sobre el HETP, que se traduce como un aumento mucho mayor sobre éste. El resto de variables del modelo dependen de la naturaleza del sistema y por tanto para establecer una analogía con otros sistemas de naturaleza distinta no son válidas.

Y por último al aumentar la viscosidad del sistema aumenta el valor del HETP, mientras que al aumentar los coeficientes de difusión el valor del HETP disminuye.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] G. Q. Wang, X. G. Yuan and K. T. Yu, Review of Mass-Transfer Correlations for Packed Columns, *Ind.Eng.Chem.*2005,44,8715-8729.
- [2] J. Antonio Rocha, José L. Bravo and James R. Fair, Distillation Columns Containing Structured Packing: A Comprehensive Model for Their Performance. 1. Hydraulic Models, *Ind. Eng. Chem.* 1993, 32, 641-651.
- [3] J. Antonio Rocha, José L. Bravo and James R. Fair, Distillation Columns Containing Structured Packing: A Comprehensive Model for Their Performance. 2 Mass-Transfer Model, *Ind. Eng. Chem.* 1996, 35, 1660-1667.
- [4] R. Billet and M. Schultes, Prediction of mass transfer columns with dumped and arranged packing, Update summary of the calculation method of Billet and Schultes, *Ind. Eng. Chem.* 1999, 77, 499-504.
- [5] Reinhard Billet, Packed Towers in Processing and Environmental Technology, VCH , 1995, 5, 119-141.
- [6] Žarko Olujić, Standardization of structured packing efficiency measurements, BASF SE, 2008.
- [7] Lorenzo Del Carlo, Žarko Olujić and Alessandro Paglianti, Comprehensive Mass Transfer Model for Distillation Columns Equipped with Structured Packings, *Ind. Eng. Chem.* 2006, 45, 7967-7976.
- [8] Reinhard Billet, Packed Towers in Processing and Environmental Technology, VCH, 1995, 3, 31-41.
- [9] Ludwig Deibele und Ralf Dohrn, *Miniplant. Technik in der Prozessindustrie*, WILEY-VCH, 2006, 5, 232-263.
- [10] A. E. Orlando Jr., L. C. Medina, M. F. Mendes and E. M. A Nicolaiewsky, HETP evaluation of structured packing distillation column, *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 2009, 26,619-633.
- [11] Sulzer Chemtech, Structured Packings for Distillation, Absorption and Reactive Distillation, 2011, Mellapak, 10.
- [12] Hamidreza Sadeghifar and Ali Akbar Safe Kordi, A new applicable method to calculate mass transfer coefficients and efficiency of industrial columns containing structured packings, *Elservier*, 2011,36, 1415-1423.
- [13] VDI- WärmAtlas, 2006, S.32.
- [14]P. Suess, and L. Spiegel, L.Holdup of Mellapak structured packings, *Chem.Eng.Process*, 1992, 31, 119.

- [15] J. L. Bravo. and J. A. Rocha Jr. Mass transfer in gauze packings, Hydrocarbon process, 1985, 64, 91.
- [16] E. Brunazzi and A. Paglianti, Liquid-film mass transfer coefficient in a column equiped with structured packings, Ind. Eng. Chem. Res. 1997, 36, 3792.
- [17] R. E. McHarg and R. L. Neary, Tray distillation columns, a guide to performance evaluation, AIChE Equipment Testing Procedure, 1987, 300, 7.
- [18] R. E. McHarg and R. L. Neary, Tray distillation columns, a guide to performance evaluation, AIChE Equipment Testing Procedure, 1987, 400, 8.
- [19] R. E. McHarg and R. L. Neary, Tray distillation columns, a guide to performance evaluation, AIChE Equipment Testing Procedure, 1987, 500, 14.
- [20] R. E. McHarg and R. L. Neary, Tray distillation columns, a guide to performance evaluation, AIChE Equipment Testing Procedure, 1987, 600, 17.
- [21] Apuntes de la asignatura Termische Verfahren Technik, Institut für Chemische und Termische Verfahren Technik (ICTV), Technische Universität Braunschweig, 2011, kapitel 3 : Verdampfung und Kondensation.